

[Previous Doc](#)   [Next Doc](#)   [Go to Doc#](#)  
[First Hit](#)



Generate Collection

L11: Entry 1 of 5

File: JPAB

Oct 6, 2000

PUB-NO: JP02000275230A  
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 2000275230 A  
TITLE: GAS CHROMATOGRAPH DEVICE

PUBN-DATE: October 6, 2000

## INVENTOR-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

FURUKAWA, MASANAO

## ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

SHIMADZU CORP

APPL-NO: JP11080804

APPL-DATE: March 25, 1999

INT-CL (IPC): G01 N 30/32; G01 N 30/02; G01 N 30/86

## ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To quantitatively detect leakage in a short time by opening a flow control valve to pressurize the interior of a sample introducing part into fixed pressure, monitoring pressure variation, and computing the leakage flow in the flow passage from the data and displaying.

SOLUTION: A control part 12 opens the flow control valve 5 of a carrier gas flow passage, and closes the flow control valve 5 when a pressure sensor 6 indicates a fixed pressurized value. From relation of the data of a flow sensor 11 and the opening/closing time of the flow control valve 5 and the pressure value of the pressure sensor 6, the inner volume of a gas flow passage is computed, and the computed result is displayed on a monitor screen 13. Next when the control part 12 closes the flow control valve 5, pressure is gradually lowered by leakage in a gas chromatograph device. Herefrom, a leakage flow is computed and displayed on the monitor screen 13. Pressure variation at every moment is made in graph, and by displaying it on the monitor screen 13, an analyzer is quantitatively informed leakage quantity in about 10 minutes, and can judge whether analysis is to be begun or not.

COPYRIGHT: (C)2000, JPO

[Previous Doc](#)   [Next Doc](#)   [Go to Doc#](#)

(43)公開日 平成12年10月6日(2000.10.6)

(51)Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F 1	テ-リ-ド*(参考)
G 0 1 N 30/32		G 0 1 N 30/32	Z
30/02		30/02	Z
30/86		30/86	T

審査請求 未請求 請求項の数1 OL (全 4 頁)

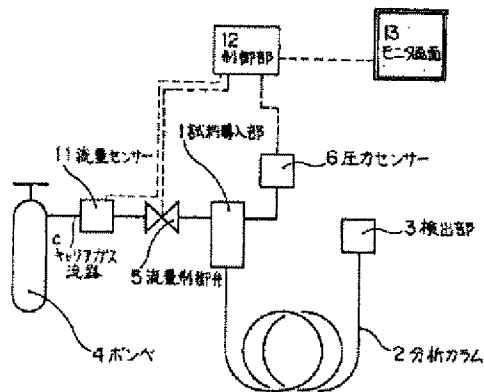
(21)出願番号	特願平11-88804	(71)出願人	000001993 株式会社島津製作所 京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地
(22)出願日	平成11年3月25日(1999.3.25)	(72)発明者	古川 雅直 京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地 株式会社島津製作所内
		(74)代理人	100097892 弁理士 西岡 義明

(54) 【発明の名称】 ガスクロマトグラフ装置

(57) 【要約】

【課題】短時間にガス流路の漏れが検出できるガスクロマトグラフ分析装置を提供する。

【解決手段】流量制御弁５を開いてキャリアガスを試料導入部１に導入する際に、圧力センサ６と流量センサー１１とをモニタすることにより、流れ込んだガス量からガス流路の内容積を算出し、続いて流量制御弁５を閉じて圧力降下量を求めることにより、漏れ量を定量的に知るようになる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 試料導入部内で気化された試料ガスをキャリアガス流路から供給されるキャリアガスとともにカラムに送り出すようにしたガスクロマトグラフ装置において、キャリアガス流路に設けられた流量制御弁と、キャリアガス流路に設けられた流量センサーと、試料導入部のガス圧力をモニタする圧力センサと、流量制御弁を開いて試料導入部内を一定圧力に加圧した後で流量制御弁を閉止し、その後の試料導入部の圧力変動を圧力センサによりモニタする制御を行う制御部と、前記圧力変動のデータから流路の漏れ流量を演算する演算手段と、漏れ流量に関するデータを表示する表示手段とを備えたことを特徴とするガスクロマトグラフ装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明はガスクロマトグラフ装置に関し、さらに詳細には試料気化室にて気化させた試料の分析を行うガスクロマトグラフ装置に関する。

## 【0002】

【従来の技術】ガスクロマトグラフ装置による試料分析においては、試料を試料導入部に注入し、この中で加熱することにより気化させた上で、キャリアガス供給流路から送り込まれたキャリアガスとともに分析カラムに送る。試料は分析カラム内面に固定された液相とキャリアガスとの間で分配され、その分配係数の差によって試料中の成分が分離された後、カラム後段に接続された検出部に導入され、クロマトグラムとして検出される。分析者は、上述の分析を正確に行うために、分析開始前にガスクロマトグラフ装置のガス流路内に漏れが無いことを確認する。即ち、ガスクロマトグラフ装置流路内を一定の加圧状態になるようにキャリアガスを導入し、一定時間経過した後での圧力降下を測定することにより、ガス流路の漏れ量を計測していた。

【0003】図1に従来のガスクロマトグラフ装置の構成を示す。図において1は試料導入部であり、壁面には図示しないヒータが設けられており、これを加熱することにより内部に導入された試料ガスを気化することができるようにしてある。なお、加熱導入部の上面にはセプタムゴムにより密封されており、試料導入をするときはシリンジのニードルでセプタムゴムの刺し通すことにより注入するようになっている。試料導入部1の下面側には分析カラム2が接続されており、分析カラム2の他端側は検出器3に接続されている。検出器3としては試料の種類に合わせて熱伝導度検出器、FID検出器等が用いられる。試料導入部1にはキャリアガスを供給するためのキャリアガス流路Cが接続されている。キャリアガス流路Cは高圧のガス源であるボンベ4、流路内のガス流量を制御するための流量制御弁5が取り付けられている。試料導入部1にはさらにその内部圧力をモニタするための圧力センサ6も取り付けられている。

【0004】次にこの従来の装置において行われる漏れ検出の手順について説明する。ガス流路において漏れが存在すると正確な分析ができないため、分析者は分析を行う前に予め流路内に漏れが無いことを確認する。分析カラム後段にブラインド（閉止栓）を取り付けて、まず試料導入部1の圧力が加圧状態となるように流量制御弁5を開く。このときの圧力としては一般的には500kPa程度である。この加圧状態で安定した後、流量制御弁5を閉じる。この状態で静止し、予め決められた所定時間が経過した後、圧力センサの出力を測定し、所定時間経過前後の圧力変動が許容範囲内であれば漏れは小さく分析に支障がないと判断して分析を開始する。一般にこの方法では1時間に10kPa程度の变化量であれば許容されるとしている。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】従来の漏れ検出方法では、加圧してから一定時間経過した後での圧力降下を測定する。したがって、一定時間が経過するまで待たねばならず、検出のために長時間を必要とし、分析を開始また定量的な判断が困難であった。そこで本発明は、分析開始前に短時間で定量的な漏れ検出が行えるようにしたガスクロマトグラフ分析装置を提供することを目的とする。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】本発明では、試料導入部内で気化された試料ガスをキャリアガス流路から供給されるキャリアガスとともにカラムに送り出すようにしたガスクロマトグラフ装置において、キャリアガス流路に設けられた流量制御弁と、キャリアガス流路に設けられた流量センサーと、試料導入部のガス圧力をモニタする圧力センサと、流量制御弁を開いて試料導入部内を一定圧力に加圧した後で流量制御弁を閉止し、その後の試料導入部の圧力変動を圧力センサによりモニタする制御を行う制御部と、前記圧力変動のデータから流路の漏れ流量を演算する演算手段と、漏れ流量に関するデータを表示する表示手段とを備えたことを特徴とする。

【0007】本発明では、漏れ検出をする場合は制御部はキャリアガス流路の流量制御弁を開き、圧力センサが一定の加圧値Pになるまで流量制御弁を開く。このときガスクロマトグラフ内の内容積Vは、流量センサーからの出力f (ml/min)を用いて以下のように表すことができる。

$$V = \int f \, dt / P \quad \dots \dots \dots (1)$$

この値をモニタ画面に表示することにより、分析者はガスクロマトグラフ装置のガス流路の内容積を知ることができる。次に、制御部が制御弁を閉じると、ガスクロマトグラフ装置内に存在する漏れにより圧力は徐々に降下していく。このときの漏れ流量は以下のように表すことができる。

$$f1 = dP / dt \quad \dots \dots \dots (2)$$

したがって、この値をモニタ画面に表示することにより、漏れ量を知ることができる。そして、時々刻々の圧力変動を横軸を時間、縦軸を圧力とするグラフ表示にすることにより、分析者は10分程度の短時間のうちに漏れ量を知ることができ、分析を開始するかどうかの判断を行うことができる。

#### 【0008】

【発明の実施の形態】以下、本発明を図を用いて説明する。図2は本発明の一実施例であるガスクロマトグラフ装置の構成図である。図において従来例である図1と同じ部分については同符号を付すことにより説明を省略する。この装置では図1の従来例に比べると、キャリアガス流路Cに流量センサー11が取り付けられている点、圧力センサー6、流量センサー11の信号を受けるとともにキャリアガス流路Cにある流量制御弁5を制御し、さらにはモニタ画面13の表示のための制御を行う制御部12を有している点が相違する。なお流量制御弁5は、流量を零即ち全閉ができるようなものである。また流量制御弁5と流量センサー11とを一体にしたものであるマスフローコントローラを用いてもよいが、説明の便宜上流量制御弁と流量センサーとを別に記載しているにすぎない。

【0009】つぎに、本実施例での漏れ検出について説明する。分析カラム2の後段にブラインド（閉止栓）を取り付ける準備を行っておく。まず、制御部12はキャリアガス流路の流量制御弁5を開き、圧力センサー6が一定の加圧値P（例えば500kPa）になるまで待つ。圧力センサーの値が一定になった時点で流量制御弁5を閉じる。流量制御弁5を開いたときから閉じるまでの流量センサー11のデータと時間との関係、および圧力センサー6の圧力値から（1）式を用いてガス流路の内容積を計算する。この計算結果をモニタ画面13に表示する。続いて制御部12が制御弁5を閉じると、ガスクロマトグラフ装置内に存在する漏れにより圧力は徐々に降下していく。このときの漏れ流量を（2）式により求める。この値をモニタ画面13に表示することにより、漏れ量を知ることができる。そして、時々刻々の圧力変動を横軸を時間、縦軸を圧力とするグラフをモニタ画面13に表示にすることにより、分析者は10分程度の短時間のうちに漏れ量を定量的に知ることができ、分析を開始するかどうかの判断を行うことができる。なお、上記の実施例では予め分析カラムの後段にブラインドを取り付けていたが、ブラインドを取り付けるかわりに、カラムからの流出流量を予め求めておいて漏れ量の計算に組み入れることも可能である。即ち、測定流量は漏れ箇所からの流出流量とカラムからの流出流量との総和であるので、測定流量からカラム流出流量を減じた量が漏れ量と判断することができる。この方法ではカラム後段を閉止して測定したよりも精度は落ちるが、カラムにブラインドを取り付ける手間が不要であり、漏

れ測定の自動化には有効である。以下、実施態様をまとめておく。

（1） 試料導入部内で気化された試料ガスをキャリアガス流路から供給されるキャリアガスとともにカラムに送り出すようにしたガスクロマトグラフ装置において、キャリアガス流路に設けられた流量制御弁と、キャリアガス流路に設けられた流量センサーと、試料導入部のガス圧力をモニタする圧力センサーと、流量制御弁を開いて試料導入部内を一定圧力に加圧した後で流量制御弁を閉止し、その後の試料導入部の圧力変動を圧力センサーによりモニタする制御を行う制御部と、前記加圧時のキャリアガス量から内容積を算出し、前記圧力変動のデータから流路の漏れ流量を演算する演算手段と、漏れ流量に関するデータを表示する表示手段とを備えたことを特徴とするガスクロマトグラフ装置。

（2） 試料導入部内で気化された試料ガスをキャリアガス流路から供給されるキャリアガスとともにカラムに送り出すようにしたガスクロマトグラフ装置において、キャリアガス流路に設けられた流量制御弁と、キャリアガス流路に設けられた流量センサーと、試料導入部のガス圧力をモニタする圧力センサーと、流量制御弁を開いて試料導入部内を一定圧力に加圧した後で流量制御弁を閉止し、その後の試料導入部の圧力変動を圧力センサーによりモニタする制御を行う制御部と、前記加圧時のキャリアガス量から内容積を算出し、前記圧力変動のデータから流路の漏れ流量を演算する演算手段と、試料導入部の圧力の時間変動をグラフにより表示する表示手段とを備えたことを特徴とするガスクロマトグラフ装置。

#### 【0010】

【発明の効果】以上、説明したように本発明のガスクロマトグラフ装置では、キャリアガス導入量と圧力との関係から内容積、さらには漏れ量を定量的に検出することができる。しかも、漏れ量は短時間のうちに知ることができるので分析開始前の待ち時間を低減することができる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】従来からのガスクロマトグラフ装置の構成図。

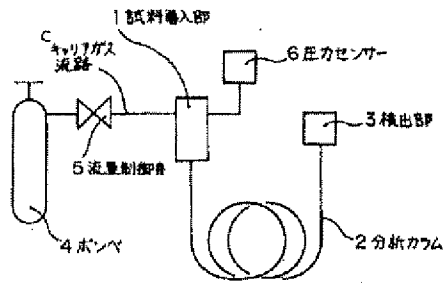
【図2】本発明の一実施例であるガスクロマトグラフ装置の構成図。

【図3】モニタ画面の表示内容を示す図。

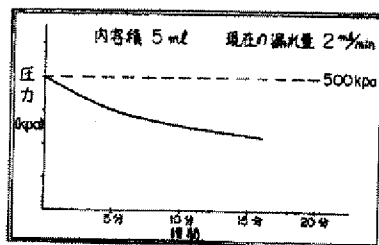
#### 【符号の説明】

- 1：試料導入部
- 2：分析カラム
- 3：検出部
- 5：流量制御弁
- 6：圧力センサー
- 11：流量センサー
- 12：制御部
- 13：モニター画面

【図1】



【図3】



モニタ画面13

【図2】

